УДК 541.64

ТЕКСТУРНО-ФРАКТАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МИКРОСКОПИЧЕСКИХ СРЕЗОВ ОБРАЗЦОВ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ, НАПОЛНЕННЫХ ТЕХНИЧЕСКИМ УГЛЕРОДОМ

А.Ю. Бортников, Н.Н. Минакова

Алтайский государственный университет, г. Барнаул
E-mail: anatoly-bortnikov@yandex.ru

Приведены результаты изучения макроструктуры композиционных материалов наполненных техническим углеродом по их микрофотографиям с помощью текстурного и фрактального анализов.

Композиционные материалы, содержащие технический углерод, служат основой для производства разнообразных изделий [1, 2]. Получение материалов с заданным комплексом свойств требует знания механизма формирования основных эксплуатационных характеристик, преобладающая часть которых относится к структурночувствительным, непосредственно связанным с особенностями распределения частиц наполнителя в матрице. Корректное распознавание топологии дает возможность прогнозировать закономерности изменения механических и электрофизических характеристик материалов.

Анализ макроструктуры композиционных материалов зачастую достаточно сложен. Прямые методы исследования макроструктуры мало информативны, поэтому их приходится дополнять косвенными [1]. В частности это касается полимерных композиционных материалов, наполненных техническим углеродом. Такие материалы широко приме-

няют благодаря их невысокой стоимости, легкости, доступности исходных компонентов, возможности изготовления изделий практически любой формы. Необходимость в изучении влияния рецептурно-технологических приемов регулирования свойств на топологию макроструктуры таких материалов возникает достаточно часто. Однако присутствие технического углерода значительно затрудняет анализ макроструктуры материала прямыми методами из-за его склонности к агломерированию [1].

Для исследования микроскопических срезов образцов наполненных техническим углеродом полимерных композиционных материалов разработана методика текстурного анализа, основанная на анализе черно-белого изображения. Изображение делилось на квадратные площадки размером 96 пикселей, что соответствовало усредненной величине зон матрицы, в которую не проникает дисперсный наполнитель. В каждом квадрате определялось число черных и белых пятен [2]. Был выявлен параметр, чувствительный к изменению величины электрического сопротивления композиционных материалов – энтропия текстурного признака.

В данной работе поставлена задача анализа возможностей развития методики текстурного анализа [2] для выявления дополнительных параметров, чувствительных к изменению величины электрического сопротивления композиционных материалов.

Особенно сложными для распознавания являются изображения образцов материалов с высоким содержанием дисперсного наполнителя. Поэтому исследования проводились на образцах высоконаполненных полимеров с дисперсным наполнителем двух мало отличающихся по дисперсности марок (ПМ-100 и ПМЭ-100В). Содержание наполнителя в материалах одинаково (80 весовых частей (в.ч.) на 100 в.ч. полимера). Связующая основа различна: натуральный каучук и бутадиен-метилстирольный каучук СКС-20АРК. Электронно-микроскопические срезы образцов представлены на рис. 1.

Изображения микрофотографий в 256 градациях серого разбивались на сегменты размером $W \times W$ пикселей. Для каждого сегмента рассчитывались текстурные признаки [3]. В качестве основных характеристик текстуры были выбраны: ширина автокорреляционной функции $T(j,k)$ [3] и текстурные признаки, основанные на гистограмме совместного распределения яркостей второго порядка: B_E и B_A [3].

$$T(j,k) = \sum_{\varepsilon=-Q}^{Q} \sum_{\eta=-Q}^{Q} \varepsilon^2 \cdot \eta^2 \cdot A(j,k,\varepsilon,\eta),$$

$$B_E = \sum_{a=1}^{L-1} \sum_{b=1}^{L-1} P(a,b) \ln[P(a,b)],$$

$$B_A = \sum_{a=1}^{L-1} \sum_{b=1}^{L-1} abP(a,b),$$

где L – количество градаций оттенков серого; a, b – указанные значения яркостей; ε, η – значения смещения, равные 0, ±1, ±2, ±3, ... $\pm W/2$; $A(j,k,\varepsilon,\eta)$ – автокорреляционная функция, которая задается формулой

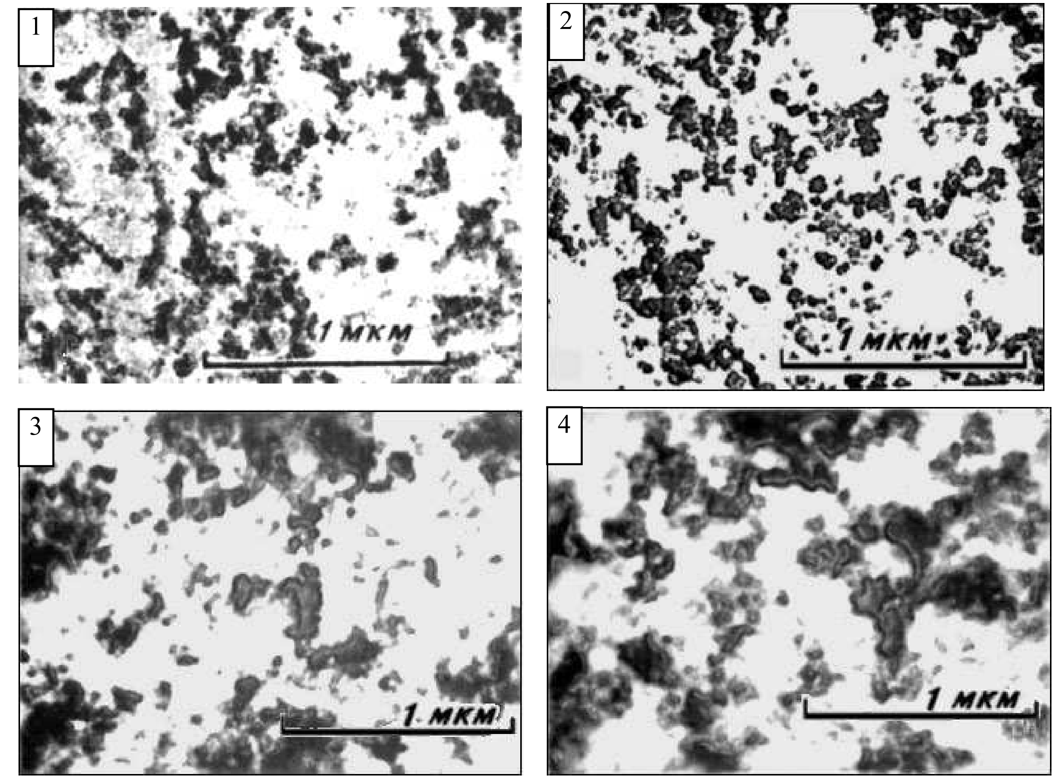


Рис 1. Микрофотографии образцов высоконаполненных полимеров. Наполнение 80 весовых частиц наполнителя на 100 весовых частиц полимера. Наполнитель: 1, 2) техуглерод марки ПМ-100; 3, 4) техуглерод марки ПМЭ-100В. Полимерная матрица: 1, 3) бутадиен-метилстирольный каучук (СКС-30АРК); 2, 4) натуральный каучук

$$A(j,k,\varepsilon,\eta)=\frac{\sum_{m=j-W}^{k+W}\sum_{n=k-W}^{k+W}F(m,n)\cdot F(m-\varepsilon,n-\eta)}{\sum_{m=j-W}^{j+W}\sum_{n=k-W}^{k+W}[F(m,n)]^2},$$

где $F(m,n)$, $F(m-\varepsilon,n-\eta)$ – значение яркости пикселей сегмента, равные 0, 1,...,255; $P(a,b)$ – гистограмма совместного распределения яркостей второго порядка, которая рассчитывается по формуле

$$P(a,b)=\frac{N(a,b)}{M},$$

где $N(a,b)$ – число случаев, когда $F(j,k)=a$ и $F(m,n)=b$; M – полное число пикселей в сегменте.

Распределение наполнителя в полимерной матрице для всех выбранных образцов подчиняется нормальному закону распределения [1]. В связи с этим многие статистические параметры (контраст, математическое ожидание, дисперсия), при равных условиях получения снимков, не позволяют разделить материалы между собой. Изменение вида наполнителя и матрицы в материале влияет на характер их взаимного расположения. Поэтому по полученным значениям текстурных признаков, вычислялась энтропия [3].

$$S_J=\sum_{j=1}^{X}\sum_{k=1}^{Y}J(j,k)\cdot\ln[J(j,k)],$$

где $J(j,k)$ – формальное обозначение текстурного признака; X, Y – ширина и высота изображения в пикселях, соответственно; j, k – координаты точки на изображении.

Энтропия текстурного признака $T(j, k)$ обозначена как S_T, энтропия текстурного признака B_E – через S_{BE}, энтропия текстурного признака B_A – S_{BA}.

Все анализируемые микрофотографии проходили стадию предварительной обработки. Изображения срезов приводились к одинаковым условиям (коэффициент увеличения, размер и т. д.). Для устранения инструментальных погрешностей применялся набор фильтров из распространенных графических пакетов. Принятые меры позволили обеспечить разброс при повторных измерениях не более 7 %. В табл. 2 приведены ненормированные значения энтропии этих признаков для объектов исследования. При нормировке вид зависимостей S_T, S_{BE} и S_{BA} не изменится, так как в процессе нормировки значения энтропий текстурных признаков будут поделены на постоянные коэффициенты, значения которых соответствуют максимальному значению энтропии каждого из текстурных признаков.

Сравнение данных из табл. 1 показывает, что выбранные параметры не позволяют различать материалы по величине удельного объемного электрического сопротивления.

Был выполнен анализ полученных результатов. Оказалось, что текстурные признаки $T(j,k)$, B_E и B_A реагируют на разные элементы структуры наполненных полимеров. Покажем это на примере композиционного материала, содержащего натуральный каучук и 80 в.ч. техуглерода марки ПМ-100 (рис. 2, *a*).

Таблица 1. *Ненормированные значения энтропии для текстурных признаков T(j,k), BE и BA*

№	lg ρ_V, (Ом·м)	Значения энтропии для текстурных признаков		
		ST, 106	SBE, 105	SBA, 108
1	3	6,15	5,28	1,36
2	0,5	2,02	5,24	1,21
3	0,0094	4,76	3,23	0,76
4	0,003	2,64	4,01	1,09

Текстурный признак $T(j,k)$ оценивает размер зерна текстуры (крупнозернистость) [3]. На рис. 2, *b* изображена микрофотография после обработки с помощью этого текстурного признака. Текстурный признак B_E по гистограмме совместного распределения яркостей второго порядка характеризует количество разных яркостей в сегменте. Результат обработки микрофотографии с помощью текстурного признака B_E представлен на рис. 2, *c*.

Текстурный признак B_A отражает автокорреляцию гистограммы совместного распределения яркостей второго порядка: характеризует взаимосвязь двух соседних точек изображения, выделяет границу между наполнителем и матрицей (рис. 2, *d*).

Вероятно, энтропия разности значений яркости в сегментах изображения $S_{T(j,k)}$ является во многом интегральной оценкой, не чувствительной к слабым изменениям взаимного расположения наполнителя и матрицы, характерным для выбранных объектов исследования.

Использование текстурных признаков, основанных на гистограмме совместного распределения яркости второго порядка для всего диапазона градаций серого, позволило точнее учесть топологию макроструктуры. S_{BE} реагирует на хаотичность распределения яркости по всему изображению. Однако показатель B_E слабо чувствителен к границам раздела и фрагментам изображения одинаковых значений яркости.

Оказалось, что применительно к решаемой в данной работе задаче определенные преимущества имеет показатель B_A. Методика его расчета позволяет не только распознавать границы раздела компонентов, но и учесть переходы на участки небольшой плотности наполнителя. Однако B_A также, как и B_E не учитывает области изображений одинаковой яркости.

Было сделано предположение, что указанные недостатки можно учесть через фрактальный анализ. С этой целью использован мультифрактальный подход к описанию структуры полимеров. Выбран спектр обобщенных размерностей Реньи [3]:

$$D_q=\frac{1}{q-1}\lim_{\delta\to 0}\frac{\ln[\sum_i p_i^q(\delta)]}{\ln\delta},$$

где $p_i(\delta)=\lim_{N\to\infty}\frac{n_i(\delta)}{N}$ – вероятность найти в i-ой ячейке точку фрактала; q – порядок размерности; N – количество точек, образующих фрактал; $n_i(\delta)$ – количество точек фрактала в i-ой ячейке; δ – размер ячеек покрывающей сетки.

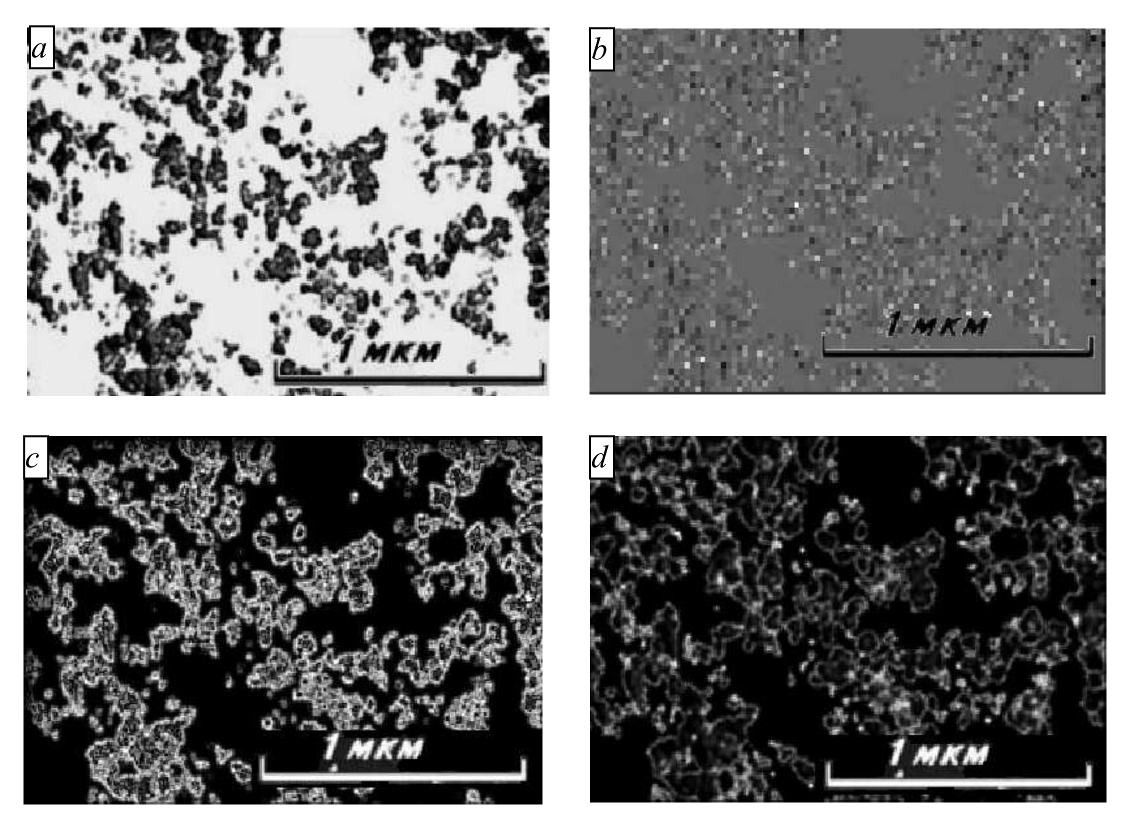


Рис. 2. *Композиционный материал: a) исходное изображение и изображения, обработанные с помощью текстурных признаков: b) T(j,k); c) B_E; d) B_A*

Измеренные фрактальные размерности Реньи при q=0,1,2 для границы между матрицей и наполнителем приведены в табл. 2.

Таблица 2. *Значения фрактальных размерностей Реньи, вычисленных для границы между матрицей и наполнителем*

№	lg ρ_V, (Ом·м)	ЗФрактальные начения энтропии для текстурных признаков		
		D0	D1	D2
1	3	3	2,77	2,46
2	0,5	0,5	2,76	2,6
3	0,0094	0,0094	2,76	2,52
4	0,003	0,003	2,76	2,67

Граница выделялась методом определения разности яркостей между соседними точками изображения. Считалось, что точка изображения принадлежит границе, если ее яркость отличалась от соседних точек более чем на величину, вычисляемую по следующей формуле:

$$m = \frac{\Delta_{\max} + \Delta_{\min}}{2},$$

где $\Delta_{\max}$ и $\Delta_{\min}$ значения максимальной и минимальной разности яркостей пикселей на всем изображении соответственно. Значение m подбиралось визуально, по принципу максимального сохранения целостности контура границ.

Оказалось, что фрактальные размерности слабо реагируют на изменение марки наполнителя при его постоянной концентрации, табл. 2. Это согласуется с экспериментальными данными о том, что фрактальные размерности чувствительны к изменению концентрации наполнителя [2].

Таким образом, выбранные текстурные признаки и фрактальные размерности могут быть использованы для изучения структурообразования наполненных полимеров, т. к. они реагируют на разные элементы их макроструктуры. Вместе с тем, по отдельности они слабо различают макроструктуры в соответствии с величиной удельного объемного электрического сопротивления. Анализ причин такой закономерности дает основания считать перспективным для распознавания макроструктур по уровню электропроводности интегрированное использование принципов текстурного и фрактального анализов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Гуль В.Е., Шенфиль Л.З. Электропроводящие полимерные композиции. – М.: Химия, 1984. – 240 с.
2. Минакова Н.Н., Ушаков В.Я. Физико-технические основы создания высоконаполненных эластомеров и управления их резистивными свойствами. – М.: Энергоатомиздат, 2003. – 260 с.
3. Прэтт У. Цифровая обработка изображений: Пер. с англ. – М.: Мир, 1982. – Кн. 2. – 480 с.